

**Abstract of JP63017901**

**PURPOSE:** To easily purify large amount of chitosan useful as a flocculant for various dispersions and pharmaceuticals, etc., on an industrial scale, by adjusting a chitosan-containing liquid to a specific pH, thereby precipitating the chitosan from the liquid. **CONSTITUTION:** A chitosan-containing liquid (e.g. a process liquid obtained by deacetylation treatment and having high impurity content) is adjusted to  $\geq 6.0\text{pH}$ , preferably  $\geq 6.5\text{pH}$  to obtain a precipitate. The precipitate is, if necessary, washed, dissolved usually in an acid (acetic acid, hydrochloric acid, sulfuric acid, etc., having a concentration of 0.01-3mol) and adjusted to  $\geq 6.0\text{pH}$ , preferably  $\geq 6.5\text{pH}$  with an alkali such as KOH to again precipitate chitosan. The purity of chitosan can be improved by repeating the above steps of precipitation, washing and dissolution.

## ⑱ 特許公報 (B2) 昭63-17901

⑲ Int.Cl.<sup>4</sup>C 22 F 1/053  
C 22 C 21/10

識別記号

府内整理番号  
6793-4K  
Z-6411-4K

⑳ 公告 昭和63年(1988)4月15日

発明の数 3 (全10頁)

㉑ 発明の名称 アルミニウム合金

㉒ 特願 昭54-501750

㉓ 出願 昭54(1979)9月24日

㉔ 国際出願 PCT/US79/00811

㉕ 国際公開番号 WO80/00711

㉖ 国際公開日 昭55(1980)4月17日

㉗ 公表番号 昭55-500767

㉘ 公表日 昭55(1980)10月9日

優先権主張 ㉙ 1978年9月29日 ㉚ 米国(US) ㉛ 947089

㉛ 発明者 ハイアット,マイクル アメリカ合衆国 98008 ワシントン州、ベレビュー,エ  
ブイ ヌ・イー・ナインス プレース16822㉛ 発明者 クイスト,ウイリアム アメリカ合衆国 98052 ワシントン州、レッドモンド,  
イー エヌ・イー・トウェンティセブンストリート 18215㉜ 出願人 ザボーリングコン アメリカ合衆国 98124 ワシントン州、シアトル、エム  
パニー ノエス 24-25 オルグン、6-1141、ピー、オー、ポツ  
クス 3707㉝ 代理人 弁理士 浅村 皓 外4名  
審査官 山田 充

㉞ 参考文献 実開 昭49-111808 (JP, U) 特公 昭38-10006 (JP, B1)

1

2

## ㉟ 特許請求の範囲

1 優れた疲労抵抗を含む改善された機械的性質の合金製品を製造する方法において、

(a) 5.9%から6.9%の亜鉛、2.0%から2.7%のマグネシウム、1.9%から2.5%の銅、0.08%から0.15%のジルコニウム、最大0.15%の鉄、最大0.12%のシリコン、最大0.06%のチタニウム、最大0.04%のクローム、前記合金内にあるその他微量元素の各々の最大が0.05%で前記その他の微量元素の最大合計量が0.15%、残りはアルミニウムから主として成り、すべての該ペーセントは合金の重量を基準にした数値であるように実質的に構成される合金を準備する段階と、

(b) 前記合金を約3.81cm (1.5インチ) より小さな厚さに加工し、それにより加工製品を設け、該合金の再結晶が該合金の約50%よりも少なくなるに充分な高温度で該合金を熱間加工する段階と、

(c) 該加工製品に溶体化処理と急冷とを受けさせ

る段階と、

(d) 前記加工製品に高温で人工的時効処理を受けさせる段階とを有する合金製造方法。

2 特許請求の範囲第1項記載の製造方法において、人工的時効処理は合金がその最大強度に到達するまで続けられる、製造方法。

3 特許請求の範囲第1項記載の製造方法において、人工的時効処理は、加工製品を室温以上、高温度以下の中間温度で

10 時効する第1段階と、

その後で加工製品を前記高温度で前記合金がその最大強度に到達するまで時効する段階とを有する、製造方法。

4 特許請求の範囲第3項記載の製造方法において、第2時効段階は

加工製品を300°Fから340°Fの高温度Tで、ほぼ次式で示される時間(t<sub>r</sub>)の間、時効する段階を有し、

$$t_r = \frac{t_{325}}{Y}$$

ここでYは所望の時効温度Tに対して第1図のグラフから読み取られる係数であり、ここで $t_{325}$ は約3時間から約5時間の範囲で変ることが出来、そして $t_r$ は前記式で計算された値から約±3時間まで変ることが出来る製造方法。

### 5 特許請求の範囲第1項記載の製造方法において人工的時効段階は

始めに加工製品を225°Fから275°Fの温度で4時間から48時間の間時効する段階と、

そのあとで加工製品を310°Fから325°Fの高温で3時間から12時間の間時効する段階とを有する合金製造方法。

6 特許請求の範囲第1項、第2項、第3項、第4項又は第5項の何れか1項に記載の製造方法において、合金は該合金の約30%以下が再結晶されるよう十分高い温度で熱間加工される製造方法。

7 優れた疲労抵抗を含む改善された機械的性質の合金製品を製造する方法において、

(a) 5.9%から6.9%の亜鉛、2.0%から2.7%のマグネシウム、1.9%から2.5%の銅、0.08%から0.15%のジルコニウム、最大0.15%の鉄、最大0.12%のシリコン、最大0.06%のチタニウム、最大0.04%のクローム、前記合金内にあるその他微量元素の各々の最大が0.05%で前記その他の微量元素の最大合計量が0.15%、残りはアルミニウムから主として成り、すべての該パーセントは合金の重量を基準にした数値であるように実質的に構成される合金を準備する段階と、

(b) 前記合金を約3.81cm (1.5インチ) より小さな厚さに加工し、それにより加工製品を設け、該合金の再結晶が該合金の約50%よりも少なくなるに充分な高温度で該合金を熱間加工する段階と、

(c) 該加工製品に溶体化処理と急冷とを受けさせる段階と、

(d) 前記合金がその最大強度に到達するまでだけ前記製品に高温で人工的時効処理を受けさせる段階とを有し、前記人工的時効段階は、始めに前記製品を225°Fから275°Fの温度で、しかも前記高温よりも低い温度で4時間から48時間の間熟成し、その後で、前記合金がその最大強度に到達するまで前記製品を300°Fから340°Fの高

5

温Tで、ほぼ次式で示される時間( $t_r$ )の間熟成する段階を有し、

$$t_r = \frac{t_{325}}{Y}$$

ここでYは所望の熟成温度Tに対して第1図のグラフから読み取られる係数であり、ここで $t_{325}$ は約3時間から約5時間の範囲で変ることが出来、そして $t_r$ は前記式で計算された値から約±3時間まで変ることが出来る合金製造方法。

### 8 改善された合金製品の製造方法において、

(a) 5.9%から6.9%の亜鉛、2.0%から2.7%のマグネシウム、1.9%から2.5%の銅、0.08%から0.15%のジルコニウム、最大0.15%の鉄、最大0.12%のシリコン、最大0.06%のチタニウム、最大0.04%のクローム、前記合金内にあるその他微量元素の各々の最大量が0.05%で前記微量元素の最大合計量が0.15%、残りはアルミニウムであり、すべての割合は全合金の重量に対するパーセントである合金を準備する段階と、

(b) 前記合金を約3.81cm (1.5インチ) より小さな厚さに加工し、それにより加工製品を設け、該合金の再結晶が該合金の約50%よりも少なくなるに充分な高温度で該合金を熱間加工する段階と、

(c) 該加工製品に溶体化処理と急冷とを受けさせる段階と、

(d) 前記加工製品に高温で人工的時効処理を受けさせる段階とを有し、前記人工的時効処理は前記合金がその最大強度に到達して前記合金の腐蝕抵抗特性が強化されるまで続けられる合金製造方法。

### 発明の詳細な説明

本発明はアルミニウム合金、特に高強度、高疲労特性、高破断韌性を特徴とするアルミニウム-亜鉛-マグネシウム-銅系の7000系合金に関する。

今日の航空機運行の重大な経済的要因は燃料費である。それゆえ航空機の設計者、製造者は全燃料効率を改善するため絶えず努力している。この燃料効率とその上全性能とを増す一方法は構造の重量を減らすことである。アルミニウム合金は多くの航空機の構造要素に大きな割合で使われているから、大きな努力が、現在使用の合金より強度

一重量比が高く、同時に同じ又はより高い破断靱性、疲労抵抗そして腐蝕抵抗を維持するアルミニウム合金の開発に費されている。

例えばいくつかの商業的ジェット航空機の上部翼皮に今使われている合金の一つはT651の焼もどし処理した合金7075である。合金7075-T651は強度-重量比が高く、一方良好な破断靱性、良好な疲労特性、そして適度な腐蝕抵抗を表わしている。商業的ジェット航空機に時々使われる他の現在利用出来る合金、7178-T651は7075-T651より強いが、合金7178-T651は破断靱性と疲労抵抗で合金7075-T651に劣る。それで合金を使いたい構成部分の破断靱性及び又は疲労性能を犠牲にしないで合金7178-T651の高い強度-重量比の利点をとるには制約がある。他の現在利用出来る合金及び焼もどし処理は、しばしば良好な破断靱性、応力-腐蝕割れ、及び剥離腐蝕に高い抵抗性を示しているが合金7075-T651ほどの強度の利点を示さない。このような合金の例は7475-T651、T7651、T7351、7050-T7651そしてT73651である。それで現在利用出来る合金及び焼もどし処理では、現在合金7075-T651で利用出来るレベル又はそれ以上の破断靱性、疲労抵抗、腐蝕抵抗を維持し乍ら航空機構成部分内で重量の節約を達成することは不可能である。

それゆえ、本発明の目的は現在利用出来る合金7075-T651より高い強度-重量比を持つ、航空機の構成部分内に使うためのアルミニウム合金を得ることである。次の本発明の目的は、合金7075-T651のものとほぼ同等なレベルの応力-腐蝕抵抗、剥離腐蝕抵抗を維持し乍ら疲労及び破断靱性特性の改善されたこの種の合金を得ることである。

本発明の7000系合金はT6の焼もどし処理した合金7075よりも10%から15%の強度増加を得ることで上記目的を満たしている。確かに、本発明の合金は他の市場で利用出来るアルミニウム合金より強い。同時に本発明のアルミニウム合金の破断靱性及び疲労抵抗は、例えばT6の焼もどし処理した合金7075、7178など本発明の合金のものに近い強度を持つ合金で達成出来るものより高い。その上、本発明の合金の腐蝕抵抗はT6の焼もどし処理した合金7075で示されるものとほぼ同等である。

本発明のアルミニウム合金の望ましい特性の組合せは合金元素及び微量元素の化学成分範囲を正しく制御することにより、合金の強度を高いレベルに増すよう熱処理することにより、そしてほぼ再結晶しない顕微鏡組成を維持することにより、7000系合金で達成されている。本発明の合金は実質的に5.9-6.9%の亜鉛、2.0-2.7%のマグネシウム、1.9-2.5%の銅、0.08-0.15%のジルコニウム、最大0.15%の鉄、最大0.12%のシリコン、最大0.06%のチタニウム、最大0.04%のクローム、最大0.05%のその他の合金内に存在する微量元素で構成され、その他の微量元素の合計は最大0.15%で合金の残りはアルミニウムである。一度合金が鋳造されると、押出し、又は板などの加工製品を得るよう加工される。製品は次に溶体化処理、焼入れ、そして高温で人工的な時効処理を受ける。高い強度要求を達成するため、本発明の合金はこれがその最大強度状態になるまで高温で時効される。出来た製品は、7075-T651、7050-T7651などの市場で入手出来る合金で表われるものより10-15%の強度増加を示している。又製品を形成する時合金を最終製品でほぼ再結晶しないよう熱間加工することによつて、本発明の合金の破断靱性は、合金7075-T651のものより約10%高く、合金7178-T651のものよりかなり上のレベルに維持される。

本発明の合金の、高い強度、高い疲労抵抗、高い破断靱性、腐蝕抵抗特性は、あとで述べる特定限度内で綿密に制御される化学成分、合金から作られる製品の注意深く制御された熱処理、そしてほぼ再結晶されていない顕微鏡組織に依存している。もし本発明の合金の成分、組成、熱処理助変数があとで述べる限度から離れていれば、強度増加、破断靱性増加、そして疲労の改善の望ましい組合せの目的は達成されない。

本発明のアルミニウム合金は実質的に5.9-6.9%の亜鉛、2.0-2.7%のマグネシウム、1.9-2.5%の銅、0.08-0.15%ジルコニウム、残りはアルミニウムと微量元素で構成される。微量元素については、鉄の許容最大割合は0.15%、シリコンの許容最大割合は0.12%、マンガンの許容最大割合は0.10%、クロームの許容最大割合は0.04%、チタニウムの許容最大割合は0.06%である。その他残りの微量元素は0.05%の最大限度を持ち、この

残りの微量元素の最大合計は0.15%である（前記割合は全合金を基にした重量割合である）。存在する微量元素のうち最も重要な意味を有するものは通常鉄とシリコンである。もし鉄とシリコンとが合金内に上記の量以上にあると、凝固中、加工中及び熱処理時に鉄とシリコンとで形成される不都合な金属間化合物が本発明の合金の破断靱性を受容出来ないレベルまで下降させる。

本発明の合金の亜鉛、マグネシウム、銅の含有量が高い事は本合金の高強度特性に主として寄与する。もし亜鉛、マグネシウム、銅の含有量が上記限度以下であると、合金の強度は、合金7075-T651の標準基準線より10-15%の増加と言う強度目的以下に落ちる。

合金を形成するのに通常の溶融铸造手順が使われる。上に指摘したように、アルミニウムと合金成分とを高純度に維持して、微量元素特に鉄とシリコンとが定められた最大量以下に維持されるよう注意しなければならない。铸塊は連続直接チル铸造などの普通の手順を使って合金から作られる。一度铸塊が形成されると、铸塊は例えば铸塊の内部構造を均質化して、合金元素を実質的に一様に分布させるため、十分な時間約482°C (900°F) の高温に铸塊を保持させる普通の技術で均質化することが出来る。铸塊は次に高温加工を受けて、板、又は押出材などの所望の製品を作ることが出来る。本発明の合金から製品を作る時、特別の冶金学的手順は要らない。しかし、本発明の合金の機械的特性と破断靱性との組合せを維持するため、最終製品の顕微鏡組織の過度の再結晶を防ぐように合金の製品を熱間圧延、押出しその他の加工をすることが重要である。相当量の再結晶化を引き起す熱間加工（又は冷間加工）の実行を避けることは、特に薄板、押出材ではこれらが溶体化処理の時に再結晶を起す傾向を増すので、決定的に重要である。それゆえ本発明の合金から形成された製品は、ほぼ非再結晶化されていなければならぬ。“ほぼ非再結晶化”とは、しばしば高い程度の再結晶を示す表面層を除いて、与えられた製品内の合金顕微鏡組織の約50容積%以下が再結晶しているものを意味する。（板及び押出し製品の表面層は最終部品形状に作られる時に通常除去される。）再結晶化顕微鏡組織の容積比を約30%以下に維持するのが最も好ましい。再結晶は熱

間加工時の温度を、加工業で生じる内部歪を焼鈍して、再結晶が加工業それ自身の間、又は次の溶体化処理の間最小になるレベルに維持することで最小にすることが出来る。例えば、本発明の

- 5 合金から作られる板製品を約426°C (800°F) の金属温度で25.4mm (1インチ) 程度の厚さに熱間圧延することは通常かなりの再結晶を防ぐ。加工圧延作業時の与えられた一連の条件下でより低い温度で圧延すればなおかなりの再結晶を防ぐことが出来る。例えば約50%よりも多く再結晶した顕微鏡組織を持つ合金の破断靱性は徹底的に低下し、そして実際に7075-T651など先行技術合金の破断靱性よりかなり下に落ちることが見出されている。
- 10 合金が製品に熱間加工されたあとで、製品は代表的に476°C (890°F)、なるべく476°-482°C (890-900°F) での温度で平衡に到達するための溶体化処理効果に十分な時間だけ溶体化処理される。溶体化処理効果により一度平衡が達成されると、製品は通常製品に室温の水を噴射し又は製品を室温の水に沈めて急冷される。そのあとで製品は残存急冷応力を取除くため圧延又は押し出し方向に1-3%延伸される。

この点で本発明の合金の抗張力は急冷速度には比較的鈍感であることが注目される。それでその優れた強度レベルがかなりの厚さの板及び押出材の両方に維持される。本発明の合金のこの特性は結晶粒微細化元素としてクロームの代りにジルコニウムを使ったことから生じる。クロームは他の大部分の7000系合金に使われ、約7.5cm (3インチ) 以上の断面厚さに対し強度を相當に減少しているのに、本発明の合金は7.5cm (3インチ) を越える断面厚さで作る時でも適度に強度を減少するだけである。

- 25 30 35 40 本発明合金の高い亜鉛、マグネシウム、銅の含有はその優れた強度特性を得るために必要であるけれども、合金から形成された製品を高温で優れた強度特性が得られるまで人工的に時効することが必要である。本発明によって、本発明の合金から作られた製品を人工的に時効する現在好適な方法は、2段階の時効手順を使うことである。合金は第1時効段階で121°C (250°F) 程度の中間温度で約4時間から48時間時効される。第1時効段階は修正することも又は多分省略することも出来るこ

とが注目される。例えば積重ねられた資料では、合金は第1段階で107-135°C (225-275°F) の温度範囲で時効出来ることを示している。

第2段階の時効処理は、第1段階で使われる時効温度の上の温度で行なわれる。第2段階の時効は、合金が最大強度に到達するまで154-162°C (310-325°F) の範囲で行なわれるのが好ましい。最大強度とは合金の最大又はそれに近い強度を意味する。例えば、第2段階時効が162°C (325°F) で行なわれると時効時間は約3-5時間である。もし第2段階時効が154°C (310°F) で行なわれると時効時間は約6-12時間である。

もし望むならば、第2段階時効は又最大強度が得られるまで、148-171°C (300-340°F) の拡張された範囲の温度で行なうことが出来る。しかし、前記範囲の下端の温度に対し時効時間は上方に調節されねばならず、前記範囲の上端の方の温度では、時効温度は下方に調節されねばならない。下の式は162°C (325°F) 以外の時効温度に対し好適な第2段階時効時間 ( $t_T$ ) を決めるのに使われる。この式は前章で述べた時効温度162°C (325°F) に対する第2段階時効時間と同等な、148-171°C (300-340°F) の範囲内の与えられた温度に対する時効時間を提供する。式は

$$t_T = \frac{t_{325}}{Y}$$

であり、

ここで  $t_T$  は、最大強度を得るため162°C (325°F) 以外の温度Tで第2段階時効中に本発明の製品が時効される時間であり、

ここで  $t_{325}$  は前章で述べた色々の製品に対し約3-5時間の範囲にすることが出来、そして

ここで Y は温度 T における時効時間  $t_T$  に、162°C (325°F) 時効の時間 ( $t_{325}$ ) を転換するための係数である。

係数 Y は第1図のグラフから出され、グラフは係数 Y と時効時間との片対数グラフである。例えばもし、155°C (312°F) の温度で第2段階時効をしたい時は係数 Y は約0.5、もし170°C (338°F) の温度で時効したい時は係数 Y は約2である。上式から計算された時効時間 ( $t_T$ ) は約3時間まで変えて、なお本発明によって最大強度特性を得ることが出来ることが理解される。例えば拡張された範囲の上限に近い第2段階時効に対し、  $t_T$  か

らの変化は約 ±1/2時間より多くないのが好ましいが、拡張範囲の下限では約 ±3時間まで変えることが出来る。

#### 例

5 次の例は本発明を示すよう意図され、当業者に本発明の作り方、使い方を教えるよう意図されている。これらは何れにせよ、特許の許可によつて生じる保護の範囲を限定又はせまくするとは考えていらない。

#### 10 例 I

本発明の合金の50個以上の鋳塊が普通の手順によつて形成された。これら鋳塊は公称成分、6.4%の亜鉛、2.35%のマグネシウム、2.2%の銅、0.11%のジルコニウム、0.07%の鉄、0.05%のシリコン、0.01%以下のマンガン、0.01%のクローム、0.02%のチタニウム、そしてその他微量元素全部で0.03%以下、合金の残りはアルミニウムであった。鋳塊は四角形で、厚さは40-60cm (16-24インチ) であった。鋳塊は約471°C (880°F) で

15 皮剥ぎ、均質化され、約9.5-38.1mm (0.375-1.5インチ) 厚さの板に熱間圧延された。これら板は次に約476°C (890°F) で、厚さの如何で1-2時間溶体化処理され、室温水で噴射急冷された。板は次に圧延方向に1.5-3%延伸されて残留急冷  
20 25 応力を除去され、24時間121°C (250°F) で人工的に時効され、次に約154°C (310°F) で約11-12時間第2段階時効された。圧縮降伏強度、破断靱性、疲労割れ成長速度試験は板製品からとられた試料で行なわれた。これら試験からのデータは各  
30 試験に対し最小値、平均値を得るよう分析された。

普通に市場で入手出来る7075-T651合金、7178-T651合金、そして7050-T7651合金板からの同様なデータが又比較のため分析された。

35 7075合金は公称成分、5.6%の亜鉛、2.5%のマグネシウム、1.6%の銅、0.2%のクローム、0.05%のマンガン、0.2%の鉄、そして0.15%のシリコンを持ち、合金の残部はアルミニウムと小量のその他の不可避元素である。7178合金は公称成分、  
40 6.8%の亜鉛、2.7%のマグネシウム、2.0%の銅、0.2%のクローム、0.05%のマンガン、0.2%の鉄、そして0.15%のシリコンを持ち、そして合金の残部はアルミニウムと小量のその他の不可避元素である。7050合金は公称成分、6.2%の亜鉛、2.25

%のマグネシウム、2.3%の銅、0.12%のジルコニウム、0.09%の鉄、0.07%のシリコン、0.01%のクローム、0.02%のチタニウムを持ち、合金の残部はアルミニウムと小量のその他の不可避元素である。

圧縮降伏強度 ( $F_{cy}$ ) 試験が普通の方法で行なわれた。破断靱性試験は又中心の割れた板を使って室温で普通のように行なわれ、データは板の破断部の明らかな臨界応力強度係数  $k_{app}$  の術語で表わされた。破断靱性助変数 ( $k_{app}$ ) は応力方向に直角に向く割れを収容する平板を破断するに必要な応力に関係し、次式から決められる。

$$k_{app} = \sigma g \sqrt{\pi a_0 \alpha}$$

ここで  $\sigma g$  は板を破断するのに必要な全応力、 $a_0$  は中心の割れた板に対する始めの割れ長さの  $1/2$ 、そして

$\alpha$  は限幅補正係数（試験された板に対し、 $\alpha$  は 1 より僅かに大であつた）である。

本試験に対し、板幅の約  $1/3$  の中心割れを収容した  $40-50\text{cm}$  幅 (16-20 インチ) の板が  $k_{app}$  値を得るのに使われた。

疲労割れ成長速度の比較のためのデータは、予め割れを入れた一縁切欠き板から発生した試料からとられた。板は疲労割れの方向に直角の方向で実験室空气中で周期的に応力をかけた。これら試験に対する最小最大応力比 ( $R$ ) は 0.06 であった。疲労割れ成長速度 ( $da/dN$ ) は、予め割れのある試料に加えられた周期的応力強度助変数 ( $\Delta K$ ) の関数として決められた。助変数  $\Delta K$  ( $\text{ksi} \sqrt{\text{in}}$ ) は板に加えられる周期的疲労応力 ( $\Delta \sigma$ )、応力比 ( $R$ )、割れの長さ、そして板寸法の関数である。疲労比較は各合金に対し、0.1854 ミクロン／サイクル (7.3 マイクロインチ／サイクル) の割合で疲労割れを広めるために必要な周期的応力強さ ( $\Delta K$ ) を注目することで行なわれた。

強度、破断靱性及び疲労割れ成長速度試験の結果は第 2 図の棒グラフで基準線合金 7075-T651 からの速度変化として示されており、このグラフは上部翼面を含む多くの航空機適用に現在使われているものと比較するために選ばれた。最小圧縮降伏強度 (試験試料の 99% が 95% の信頼レベルで示される値と一致又はこれを越えたもの) と平均  $k_{app}$  の値とは第 2 図の適切な棒の頂部に示されている。疲労割れ成長速度の勧らきは、与えられ

た合金に対し 0.1854 ミクロン／サイクル (7.3 マイクロインチ／サイクル) の割れ成長速度に対して必要な平均周期的応力強度 ( $\Delta K$ ) と、7075-T651 の 0.1854 ミクロン／サイクル (7.3 マイクロ

5 インチ／サイクル) の割れ成長速度に必要な  $\Delta K$  との間の差の割合として示されている。第 2 図でわかるように、7075-T651 合金に対し 0.1854 ミクロン／サイクル (7.3 マイクロインチ／サイクル) の割れ成長速度を得るのに必要な  $\Delta K$  は約 10  $\text{Ksi} \sqrt{\text{in}}$ 、本発明の合金に対し  $11 \text{Ksi} \sqrt{\text{in}}$ 、7178 合金に対し  $8.2 \text{Ksi} \sqrt{\text{in}}$ 、7050 合金に対し  $11 \text{Ksi} \sqrt{\text{in}}$  であった。

第 2 図の棒グラフは本発明の合金が 7075-T651 基準線合金より 10-15% ほど良い強度、破断靱性、疲労特性を持つことを示している。図示のように、7050-T7651 合金は本発明のものと同様な破断靱性と疲労特性とを持つているが、7075-T7651 合金の圧縮降伏強度は本発明の合金のそれより下にあるだけでなく、基準線合金 7075-T651 のそれより僅かに下である。容易にわかるように、本発明の合金の破断靱性と疲労割れ成長速度特性とは 7178-T651 合金のそれより相当に改善されている。それで本発明の合金の成分的限度内にとどめること、相当の再結晶化を防ぐため 25 本発明の合金を注意深く熱間加工すること、そして本発明の合金をその最大強度まで時効することによってのみこれらすべての強度、破断靱性、疲労特性を基準線合金 7075-T651 より上に改善出来ることがわかる。上記比較及び第 2 図のデータには注目していないけれども、押出し製品に対する比較も本発明の合金は先行技術の合金よりも同様な相対的改善を示していることが強調される。

## 例 II

例 I の手順は本発明の合金の代表的鋳塊からの板及び押出し製品を作るのに使われた。約 24 時間、約  $121^{\circ}\text{C}$  ( $250^{\circ}\text{F}$ ) の製品の始めの人工的時効のあとで、本発明の合金から作られた製品は  $162^{\circ}\text{C}$  ( $325^{\circ}\text{F}$ ) で 0-24 時間の範囲で時間を変えて第 2 段階の時効段階を受けた。合金は例 I に示す 40 本発明の合金と同じ公称成分を持っていた。製品からとられた試料は次に普通の手順を使って長手の降伏強度を試験された。結果の代表的降伏強度対時効時間は第 3 図のグラフ A, B に打点されている。グラフ A は押出し製品から得られた強度値

を示し、グラフBは板製品から得られた強度値を示している。その上、0-24時間の色々の時間で162°C (325°F) の第2段階時効を受けた普通の7178-T651、7075-T651合金の板製品からの代表的降伏点強度が示されている。7178板の強度値はグラフCに示され、7075板の強度値は第23図のグラフDに示されている。

第3図から、本発明の合金は162°C (325°F) で約3-5時間の追加の時効をしたあとで最大強度に達し、維持していることがわかる。反対に、7075、7178の板は162°C (325°F) で第2段階の時効処理を受けた時、その強度は直ちに減少し始める。又本発明の合金は、これが15-25時間程度まで相当に過時効されると、その強度はその最大強度以下に落ちることがわかる。しかし本発明の合金は、これらの相当な過時効焼もどしをされる時、明らかな改善即ち、横方向の応力-腐蝕抵抗と剥離抵抗との改善を示している。

### 例 III

普通の破断靱性試験が、第1例に示す手順によつて作られた本発明の合金と、又合金7075-T651、7178-T651とからの中心に割れのある試験板で行なわれた。試験板は厚さが色々であり、合金から作られた厚さ12.7mmと25.4mm (0.5インチ、1.0インチ) の板から機械加工された。本発明の合金と、7075、7178との公称成分は第1例に示すものと同じであった。室温におけるいくつかの試験からの破断靱性のデータ ( $k_{app}$ ) は平均化され、第4図に板厚に対して打点されている。本発明の合金から作られた製品の破断靱性は第4図のグラフEに、7075-T651合金の破断靱性はグラフFに、7178-T651の破断靱性はグラフGに示されている。見られるように本発明の合金は7075-T651合金より良い破断靱性を示し、合金7178-T651に比べて破断靱性はより以上に改善されている。

その上、本発明の合金の成分を持つ合金は、板製品内の過度の再結晶を防ぐため熱間加工温度が十分高くしないこと以外第1例に示す手順によつて色々の厚さの板製品に形成された。合金の約75%の容積割合が再結晶したことが測定された。合金のこれら相当に再結晶した板に対する室温での破断靱性データは第4図のグラフHに板厚に対して打点してある。見られるように、本発明の合金

の破断靱性はかなり再結晶すると、7178-T651合金のほぼレベルまで落ちる。それゆえ、本発明の合金は相当な再結晶を防ぐように熱間加工することが重要である。再結晶された容積割合はこの例に対し、全厚試料の顕微鏡写真 (100倍) による算点法で測定された。比較目的のため、第4図のグラフEにその破断靱性が示されている本発明の合金は約17%しか再結晶していないのに、グラフHにその破断靱性が示されている合金は約75%も再結晶していた。これから、本発明の合金は先行技術合金よりも良い破断靱性を得るために相當に再結晶していくはならないことが明らかである。

### 例 IV

本発明の合金の疲労割れ成長速度 ( $da/dN$ ) 特性は例えば7075-T651、7178-T651など同様の強度特性を持つ他の従来合金より改善されている。本発明の合金の板材料の4個の製品単位が第1例に示す一般の手順によつて準備された。その上、7075-T651合金板の9個の製品単位と、7178-T651合金板の2個の製品単位とが入手された。第1例に概説された一般的手順を使って、疲労割れ成長速度試験が、各合金の製品単位から作られた、予め割れを入れた一縁切欠き板で行なわれた。本発明の合金に対し、8回の $da/dN$ 試験が行なわれ、7075-T651合金に対し9回の $da/dN$ 試験が行なわれ、そして7178-T651合金に対し8回の $da/dN$ 試験が行なわれた。色々の合金に対する $da/dN$ 値は平均され、打点された。第5図は、各合金に対し、周期的応力強度助変数 ( $\Delta K$ ) に対するサイクル当たりマイクロインチでの割れ成長速度 ( $da/dN$ ) の平均値の打点である。曲線Iは7178-T651合金の割れ成長速度を示し、曲線Jは7075-T651合金、そして曲線Kは本発明の合金に対するものを示している。第5図のグラフから容易にわかるように、本発明の合金は、7178-T651、7075-T651合金と比べて、行つた各応力強度レベルで優れた疲労割れ成長速度特性を持つている。

第5図からのデータは第6図のグラフを打点するのに使われ、ここで割れの長さは応力サイクルの数に対して打点され、ここで加えられた最大応力は700kg/cm<sup>2</sup> (10000ポンド/平方インチ) であるよう選ばれ、そして最小最大応力比 (R) は

0.06に等しかつた。板の中の始めの割れの長さは11.4mm (0.45インチ) であるように選ばれた。曲線Lは7178-T651合金のデータのグラフ、曲線Mは7075-T651合金のもの、そして曲線Nは本発明の合金のものである。又第6図のグラフは、本発明の合金が相当な余裕を持つて割れ成長速度で合金7178-T651、7075-T651より性能上すぐれていることを明らかに示している。

前例で容易にわかるように、本発明の合金は、先行技術合金の代表的な7075-T651、7178-T651、7050-T7651と比べてすぐれた強度、破断靱性、そして疲労抵抗の組合せを持つている。本発明の合金と、比較の7075-T651、7178-T651とで行なわれた他の試験でも又、本発明の合金の応力腐蝕抵抗、剥離腐蝕抵抗は合金7075-T651の腐蝕抵抗特性とほぼ同等であり、それで翼板など同じ適用に使うことが出来ることを示している。

それゆえ、当業者は前明細書を理解することによつて前記成分及び手順を、記載の一般的概念か

ら変えることなく、色々の変更、同等の置換えその他の変更をすることが出来る。それゆえこの特許の許可は添付請求の範囲とその同等のものとに含まれる限定によつてのみ限定されるものと考えている。

#### 図面の簡単な説明

第1図は本発明の合金に対する同等の熱処理時間を決めるのに使われる補正係数(Y)対時効温度のグラフ、第2図は本発明の合金と先行の7000系アルミニウム合金との特性の比較棒グラフ、第3図は本発明の合金と他の7000系アルミニウム合金との強度対時効時間のグラフ、第4図は本発明の合金と先行の7000系合金とを比較した破断靱性助変数(kapp)対厚さのグラフ、第5図は本発明の合金と、先行技術の7000系合金とを比較した疲労割れ成長割合(da/dN)対周期的応力強度係数(Δk)のグラフ、第6図は本発明の合金と先行技術の7000系合金とを比較した疲労割れ長さ対応力サイクルのグラフである。

Fig. 1.

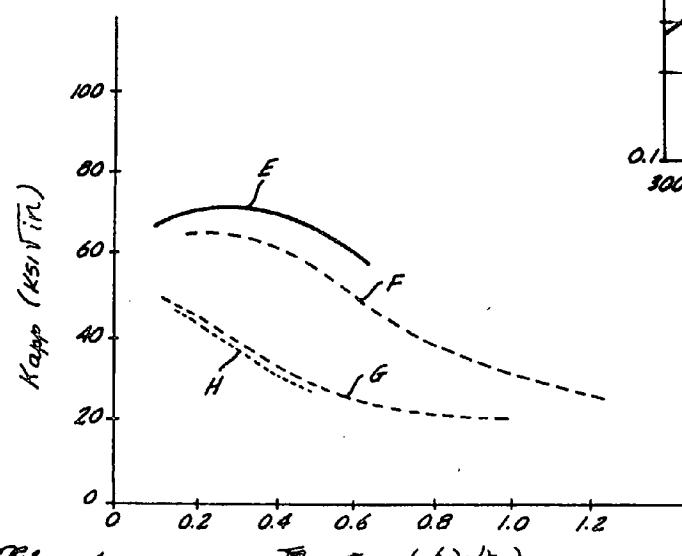
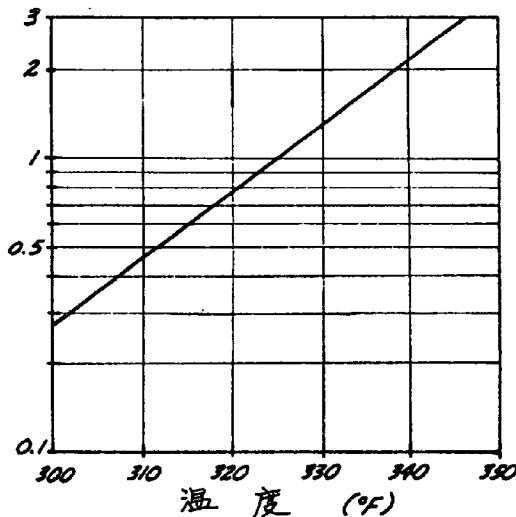


Fig. 4.

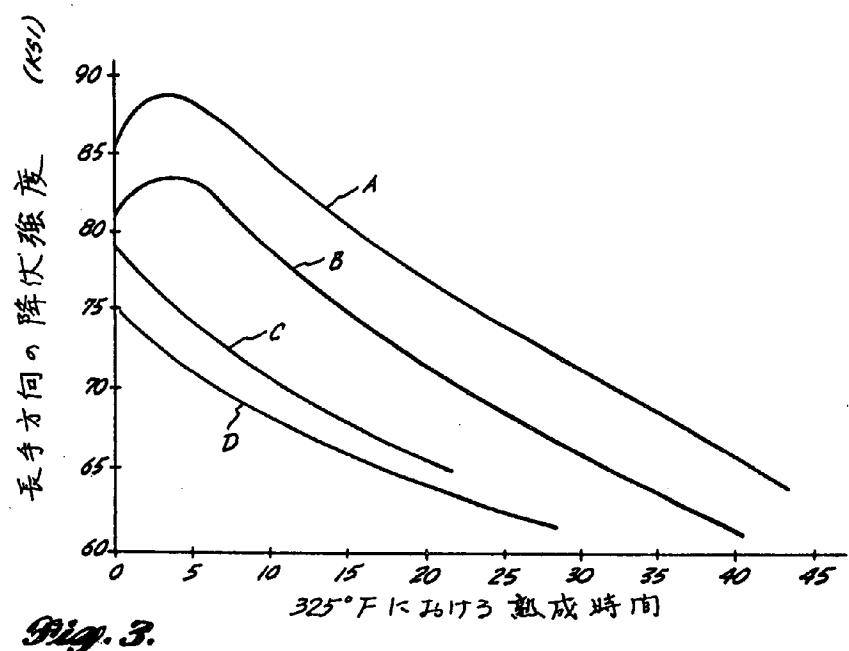
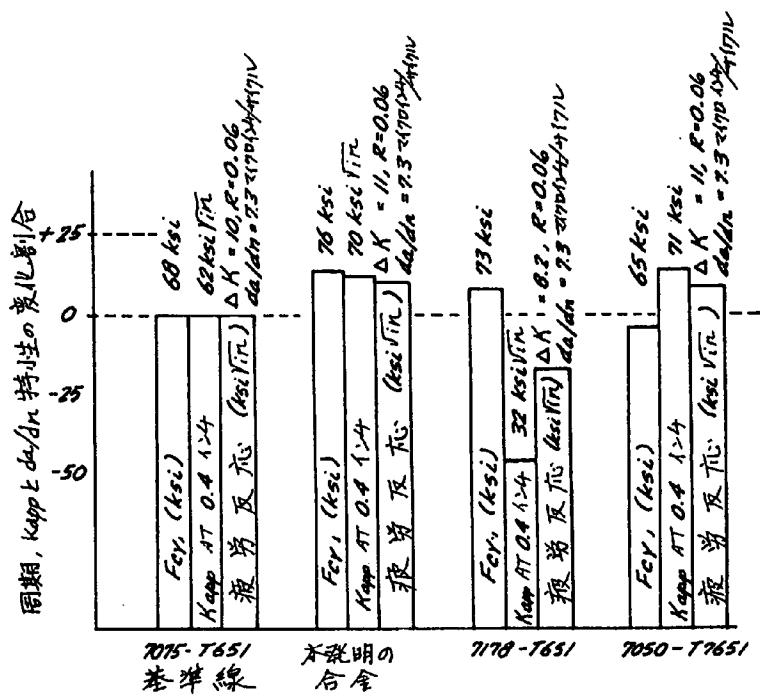


Fig. 5.

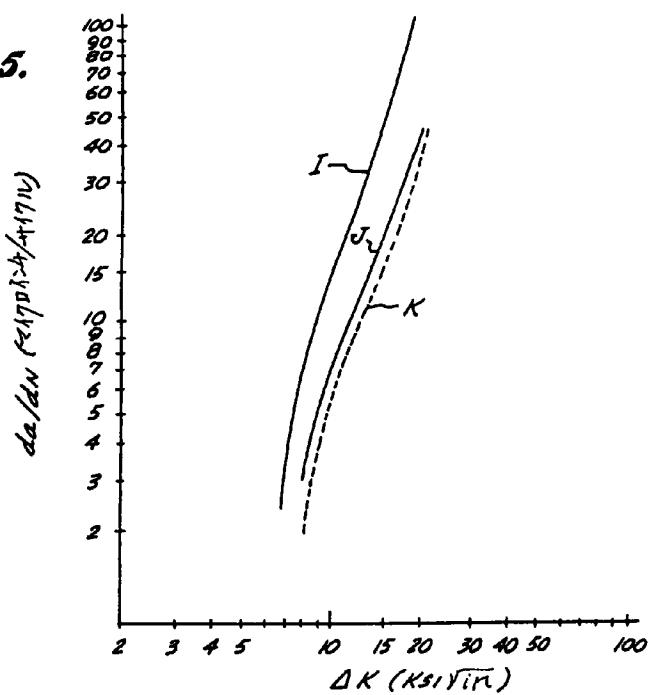


Fig. 6.

